



TITLE:

陽電子消滅分光法を用いた中性子照射したNi-Sn合金中のSn原子と原子空孔の相互作用

AUTHOR(S):

佐藤, 紘一; 義家, 敏正; 徐, 虬

CITATION:

佐藤, 紘一 ...[et al]. 陽電子消滅分光法を用いた中性子照射したNi-Sn合金中のSn原子と原子空孔の相互作用. 日本金属学会誌 2010, 74(9): 572-577

ISSUE DATE:

2010-09

URL:

<http://hdl.handle.net/2433/171904>

RIGHT:

© 2010 The Japan Institute of Metals

日本金属学会誌 第 74 巻 第 9 号 (2010) 572-577

陽電子消滅分光法を用いた中性子照射した Ni-Sn 合金中の Sn 原子と原子空孔の相互作用

佐藤 紘一 義家 敏正 徐 虬

京都大学原子炉実験所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 9 (2010), pp. 572-577
© 2010 The Japan Institute of Metals

Interaction between Sn Atoms and Vacancies in Neutron-Irradiated Ni-Sn Alloys by Positron Annihilation Spectroscopy

Koichi Sato, Toshimasa Yoshiie and Qiu Xu

Research Reactor Institute, Kyoto University, Senri-gun, Osaka 590-0494

Solute atoms greatly influence irradiation damage structures. For example, voids are formed in pure Ni at 573 K, but they are not formed in Ni-Sn alloys irradiated by fission neutrons at 573 K to 0.2 dpa. In this study, the interaction between solute atoms and vacancies and correlation between void growth and solute atoms in neutron-irradiated Ni-Sn alloys were investigated by positron annihilation spectroscopy. Positron annihilation lifetime measurements showed that void density was lower in Ni-0.05 at%Sn than pure Ni. In Ni-0.3 at%Sn, single vacancies, di-vacancies and small stacking fault tetrahedra (SFTs) were formed and the size did not change below 0.1 dpa. In Ni-2 at%Sn, single vacancies and SFTs were formed and the size also did not change below 0.1 dpa. In Ni-Sn alloys, the total intensities of lifetime related to vacancy type defects were more than 60%. Vacancy concentration was higher than in pure Ni and a large number of positrons annihilated at them. From positron annihilation coincidence Doppler broadening (CDB) measurements, the ratio of annihilation of positrons and low-momentum electrons increased in Ni-Sn alloys compared with pure Ni. The ratio increased with increasing the solute atom concentration. As positron affinity of Sn is lower than that of Ni, positrons are attracted to Sn atoms more strongly than Ni. Complexes of vacancy clusters and Sn atoms are formed and the number of Sn atoms adjacent to vacancy clusters increases with the solute atom concentration. It is expected that Sn atoms change the electron state of vacancy clusters, which leads to the increase of annihilation ratio between positrons and low-momentum electrons.

(Received April 26, 2010; Accepted June 2, 2010)

Keywords: neutron irradiation, irradiation damage, nickel alloys, positron annihilation, vacancies, vacancy clusters

1. は じ め に

中性子照射された材料には中性子によって原子がはじき出され格子欠陥を形成する。その後、集合体への成長という過程を経て、材料の特性は変化する。例えば、原子空孔が三次元的に集まるポイドが多量に形成することによるポイドスエリングに起因する脆化が挙げられる。従って、耐照射性材料の開発のためにはこれらのナノ構造が生成しないこと、あるいは成長が遅いことが必要である。ポイドが形成されるには、格子間原子が原子空孔よりも早く消滅して、原子空孔が余剰になる状態が必要である。このような現象が起こる過程は古くから提案されており、転位パイアス機構¹⁻⁶⁾や生成パイアス機構⁷⁻¹¹⁾などがある。一般に純金属はポイドが形成しやすく、これを抑制するための最も簡単な方法は、金属を合金化することである。Over Size 溶質原子は引張場を形成する原子空孔と結びつき、Under Size 溶質原子は圧縮場を形成する格子間原子と結びつく。その結果それぞれの移動度は減少する。また、点欠陥と溶質原子が結びつくことで、点欠陥集合体の核の数も増すが、それがポイドの成長に結びつか

ない理由は原子空孔と格子間原子の対消滅の頻度が増すためだと考えられる。

義家らは Ni および Ni 希薄合金の照射誘起欠陥組織について、透過型電子顕微鏡による損傷組織観察並びに添加した原子のサイズ効果について報告している¹²⁻¹⁵⁾。溶質元素として Si (-5.81%), Cu (+7.18%), Ge (+14.76%), Sn (+74.08%) を添加した。括弧内は King の論文による Ni に対する Volume Size Factor である¹⁶⁾。Ni のポイドの核形成温度は 473 K 以上である。同温度以上で照射された Ni, Ni-2 at%Cu および Ni-2 at%Ge ではポイドが形成するが、Ni-2 at%Si, Ni-2 at%Sn においてはポイドの形成が抑制される。Ni-Si 合金と Ni-Sn 合金では、溶質原子による点欠陥の移動度の変化によってパイアス機構の働きが妨げられると考えられる。

上記のような溶質原子と点欠陥の結びつきやすい性質は、析出物の形成も助ける。溶質原子は単独では移動することができないが、点欠陥と結びつくことで移動し、析出する系では析出物を形成する。例えば、Fe-Cu 合金中の Cu は Fe には固溶せず、析出物を形成する。塑性変形によって点欠陥を導入後、原子空孔が移動できる高温での焼鈍により原子空孔

を移動させる,あるいは高温で中性子照射することで, Cu 析出物が形成することが多くの論文で報告されている¹⁷⁻²²⁾.

上記で挙げた論文はすべて陽電子消滅分光法を用いたものである. 陽電子消滅寿命測定 (Positron annihilation lifetime measurement: PAL) では特に原子空孔集合体の大きさや量の情報を得ることができる. 電子顕微鏡では観察が不可能な単空孔の情報ですら得ることができる. また, 陽電子消滅同時計数ドップラー広がり測定 (Positron annihilation coincidence Doppler broadening measurement: CDB) では, 空孔集合体周辺の溶質原子や析出物の情報を得ることができる. 以上から, 原子空孔と溶質原子の関係を知るためには, 陽電子消滅分光法がとても有効である.

本研究では中性子照射された Ni-Sn 合金の溶質原子の濃度とボイド形成の関係を PAL 測定で調べると同時に, 空孔集合体周辺に存在する溶質原子に関する情報も陽電子消滅 CDB 測定を用いて調べた.

2. 実験方法

Ni と Sn はいずれも純度 99.99% のものを使用した. 合金の濃度は 0.05 at%, 0.3 at%, 2 at% で, いずれもアルゴン雰囲気中でプラズマジェット溶解により作製した. それらの合金は厚さ約 0.1 mm まで圧延し, 直径 3 mm に打抜いた. その後, 酸を用いて表面を電解研磨した. 本研究では, Pure Sn と Ni-13 at% Sn の試料も作製した. Pure Sn は厚さ 0.2 mm まで圧延後, 直径 5 mm に打ち抜き, Ni-13 at% Sn は溶解してできた塊をダイヤモンドカッターで厚さ 0.5 mm になるように切断した. いずれの試料も真空中 (1×10^{-4} Pa 以下) で歪取り焼鈍を行った. 焼鈍条件を Table 1 に示す. 中性子照射は京都大学原子炉実験所の研究炉 (KUR) の精密制御照射管²³⁾と日本原子力研究開発機構の材料試験炉 (JMTR) を用いた. 照射温度は KUR が 573 K で, JMTR は 563 K であった. 損傷量は Ni の弾出のしきいエネルギーを 24 eV として KUR では $6 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2}$ dpa (1.3×10^{21} n/m² $\sim 2.7 \times 10^{23}$ n/m², all neutrons), JMTR では $6 \times 10^{-3} \sim 0.2$ dpa (1.3×10^{23} n/m² $\sim 3.7 \times 10^{24}$ n/m², all neutrons) であった. PAL 測定と CDB 測定はいずれも室温で行った. PAL 測定装置はデジタルオシロスコープを用いたもので時間分解能は 170 ps (半値幅) である. 得られた陽電子寿命スペクトルは PALSfit プログラム²⁴⁾によって解析を行った. スペクトルの総カウント数は PAL 測定では 150 万カウント以上, CDB

測定では 2000 万カウント以上である.

3. 実験結果と考察

3.1 陽電子消滅寿命測定

Table 1 に未照射材の陽電子寿命値を示す. Sn 濃度が 0.3 at% 以下の合金は Pure Ni の寿命値とほぼ同じ値が得られた. 一方, Ni-2 at% Sn と Ni-13 at% Sn 合金は二成分に分解でき, 空孔型欠陥が検出された. Ni-Sn 系の状態図を見ると, Ni-2 at% Sn は 1173 K では完全に固溶するが, 873 K 以下で固溶限を超えて Ni₃Sn の相が形成される. 1173 K で歪取り焼鈍後, 降温過程で Ni₃Sn 相が形成したと考えられる. Ni-13 at% Sn は 1173 K でも Ni₃Sn の相が形成される. 得られた τ_2 は形成された Ni₃Sn 相と α 相が不整合であり, その界面の寿命値だと考えられる. また, τ_2 の寿命強度が Sn 濃度の上昇とともに上昇しており, 不整合なサイトの量が増加していることが分かる.

Fig. 1~4(a) にそれぞれ Pure Ni, Ni-0.05 at% Sn, Ni-0.3 at% Sn, Ni-2 at% Sn の損傷量に対する陽電子消滅寿命の変化を示す. τ_1 は陽電子のマトリックスからの消滅寿命を示し, τ_2 と τ_3 は空孔型欠陥での消滅寿命を示す. 強度はそれぞれの空孔型欠陥の濃度に依存して変化する. Pure Ni と Ni-0.05 at% Sn ではスペクトルが二成分ではフィッティングしきれないものもあったが, 三成分によるフィッティングでよく分解できた. 二成分に分解できる場合は τ_2 , 三成分に分解できる場合は τ_3 がボイドの寿命を示す. ただ, Pure Ni の 10^{-3} dpa 付近の τ_2 には比較的短寿命の欠陥成分 (約 160 ps) と長寿命の成分 (約 500 ps) が混ざっている可能性もある. スペクトルが三成分に分解できる場合の τ_2 は過去の研究²⁵⁾からボイド以外で形成されている積層欠陥四面体や転位ループの混ざり合った寿命値を示していると考えられる. 以上のように二成分解析と三成分解析の τ_2 は意味が異なっているため, 図中の τ_2 を結ぶ線が途切れる部分が存在する. 溶質原子の濃度が増すとともに, ボイドの成長が抑制されたことがよく分かる. Ni-0.05 at% Sn では Pure Ni に比べて寿命強度 I_3 が低くなっており, ボイドの濃度が減少した. Ni-0.3 at% Sn と Ni-2 at% Sn では大きなボイドの形成自体が抑制された.

Pure Ni と Ni-0.05 at% Sn ではボイドの寿命値を示す τ_3 が 10^{-2} dpa 以上ではほぼ一定の 500 ps 程度を示している. これは陽電子寿命の飽和値で, ボイドの寸法がどれだけ大きくなったとしてもこれ以上の値を示すことはない. このような試料では透過型電子顕微鏡でもボイドは観察できる¹⁵⁾. 10^{-3} dpa 以上の寿命強度を Pure Ni と Ni-0.05 at% Sn で比較すると, τ_2 のみの寿命強度だけでなく, τ_2 と τ_3 の寿命強度の合計も Ni-0.05 at% Sn の方が高いことが分かる. 照射によって形成・残存する欠陥量は Ni-0.05 at% Sn の方が高く, ほとんどの陽電子が照射欠陥で消滅したと考えられる. Sn 原子量は 0.05 at% であるが, Over size 原子であるため空孔型欠陥と結びついて安定化し, 陽電子で検出された欠陥量が Pure Ni と比較して多かったと考えられる.

Ni-0.3 at% Sn と Ni-2 at% Sn の τ_2 は 200 ps と 170 ps 程

Table 1 Anneal condition and positron annihilation lifetime of unirradiated specimens. τ_{av} , τ_1 and τ_2 denote mean lifetime, 1st and 2nd components of lifetime in the two component analysis, respectively. I_2 denotes the intensity of τ_2 .

	Anneal condition	τ_{av} (ps)	τ_1 (ps)	τ_2 (ps)	I_2 (%)
Pure Ni	1173 K, 1 h	102 \pm 1	—	—	—
Pure Sn	433 K, 1 h	203 \pm 1	—	—	—
Ni-0.05 at% Sn	1173 K, 1 h	103 \pm 1	—	—	—
Ni-0.3 at% Sn	1173 K, 1 h	103 \pm 1	—	—	—
Ni-2 at% Sn	1173 K, 1 h	111 \pm 1	88 \pm 3	150 \pm 7	32 \pm 6
Ni-13 at% Sn	1173 K, 1 h	146 \pm 1	82 \pm 4	169 \pm 2	68 \pm 3

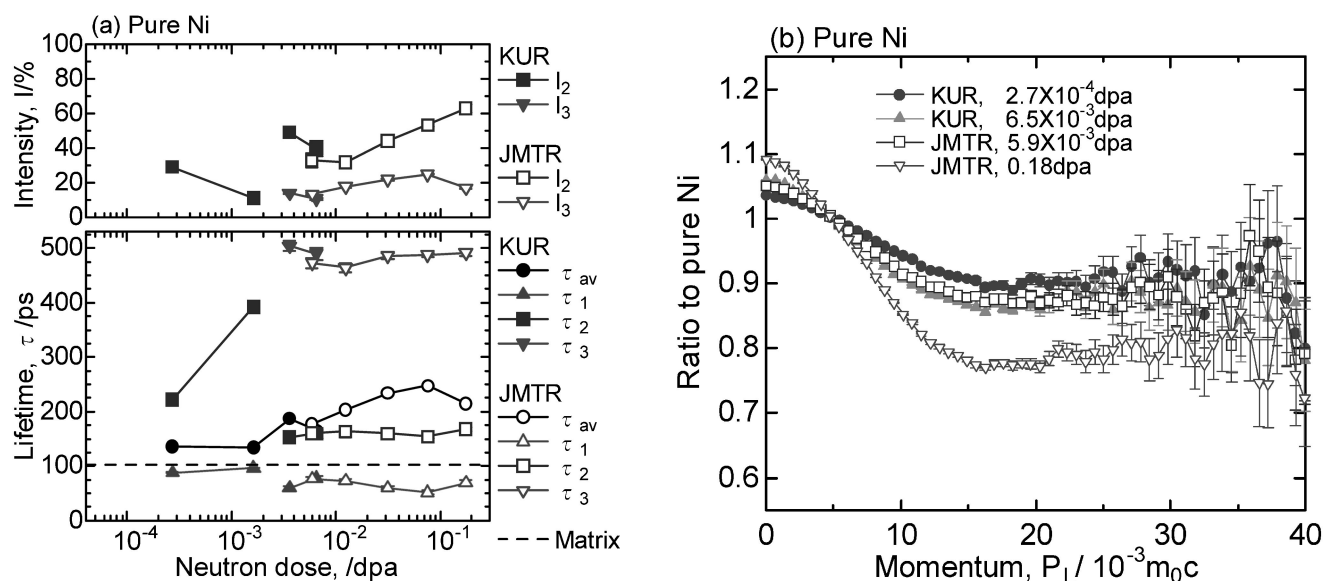


Fig. 1 (a) Positron annihilation lifetimes plotted against the irradiation dose in pure Ni. τ_{av} , τ_1 , τ_2 and τ_3 denote mean lifetime, the first, second, and third components of lifetimes, respectively. I_2 and I_3 denote the intensities of τ_2 and τ_3 , respectively. Solid marks and open marks are the specimens irradiated at KUR and JMTR, respectively. Dotted line denotes the positron lifetime of unirradiated Ni. (b) Ratio curves of the CDB spectra for pure Ni irradiated at KUR and JMTR relative to unirradiated pure Ni. Irradiation dose was 2.7×10^{-4} dpa and 6.5×10^{-3} dpa at KUR, and 5.9×10^{-3} dpa and 0.18 dpa at JMTR.

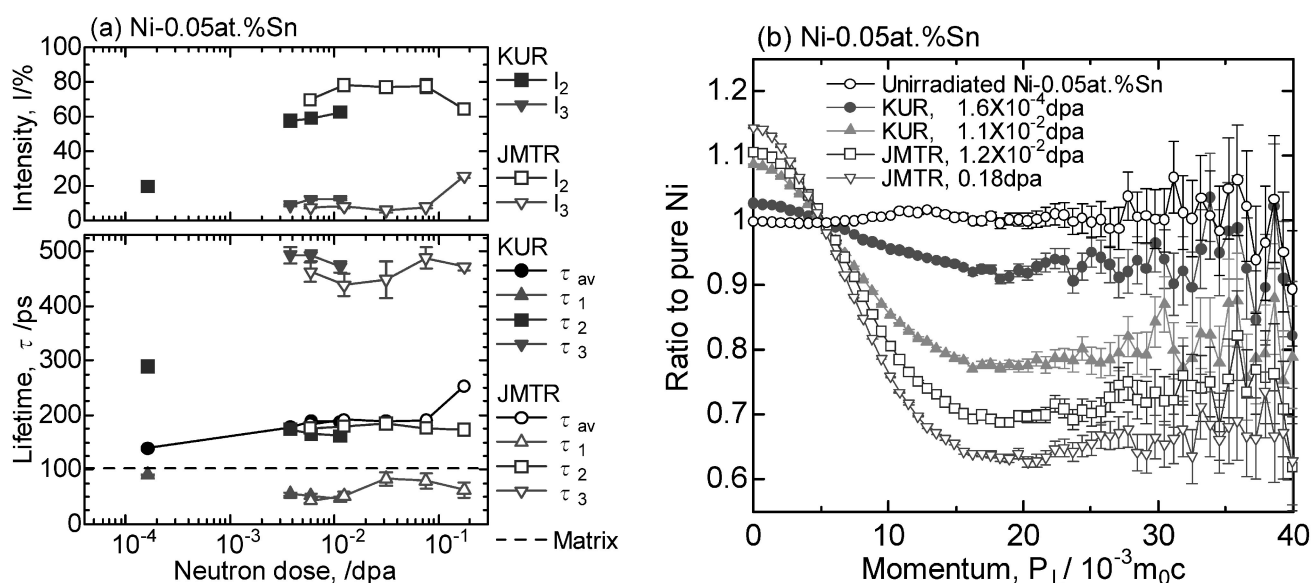


Fig. 2 (a) Positron annihilation lifetimes plotted against the irradiation dose in Ni-0.05 at%Sn. τ_{av} , τ_1 , τ_2 and τ_3 denote mean lifetime, the first, second, and third components of lifetimes, respectively. I_2 and I_3 denote the intensities of τ_2 and τ_3 , respectively. Solid marks and open marks are the specimens irradiated at KUR and JMTR, respectively. Dotted line denotes the positron lifetime of unirradiated Ni. (b) Ratio curves of the CDB spectra for unirradiated Ni-0.05 at%Sn and Ni-0.05 at%Sn irradiated at KUR and JMTR relative to unirradiated pure Ni.

度ではほぼ一定になり、それぞれ平均して複空孔と単空孔の寿命値を示す²⁶⁾。複空孔は単空孔と比較して移動エネルギーが低い、溶質原子の影響で複空孔の移動が妨げられたために検出されたと考えられる。透過型電子顕微鏡でも観察できるような大きなボイドの形成は検出できなかったが、損傷量が 0.1 dpa を超えると、空孔集合体が成長し始める。 τ_2 の寿命強度に着目すると、Ni-0.3 at%Sn では照射量が低い場合は 60~80% で 5×10^{-2} dpa を超えると低下する。照射量が低い場合は複空孔で多くの陽電子が消滅するが、照射量が増してくると、積層欠陥四面体や転位ループの濃度も上昇し、

そちらで消滅する陽電子も増えてくるため、 τ_2 の寿命強度が減少すると同時に τ_1 が 130 ps 程度まで上昇したと考えられる。Ni-2 at%Sn では τ_2 の寿命強度がとても高く、ほぼすべての陽電子が空孔型欠陥で消滅していると考えられる。その強度は照射前より上昇しており、照射欠陥も多量に形成した。その欠陥の種類は単空孔だけでなく積層欠陥四面体などが考えられるが、装置の分解能の関係で Ni₃Sn 相と α 相の界面の寿命値 (150~170 ps) と分解できなかったと考えられる。

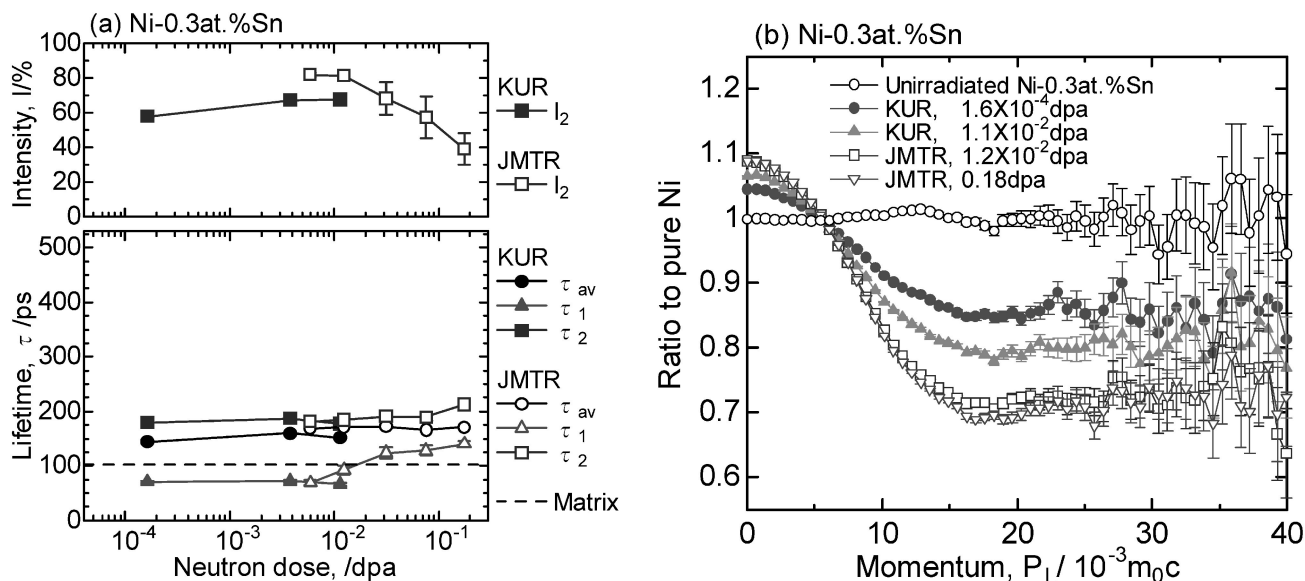


Fig. 3 (a) Positron annihilation lifetimes plotted against the irradiation dose in Ni-0.3 at%Sn. τ_{av} , τ_1 , τ_2 and τ_3 denote mean lifetime, the first, second, and third components of lifetimes, respectively. I_2 and I_3 denote the intensities of τ_2 and τ_3 , respectively. Solid marks and open marks are the specimens irradiated at KUR and JMTR, respectively. Dotted line denotes the positron lifetime of unirradiated Ni. (b) Ratio curves of the CDB spectra for unirradiated Ni-0.3 at%Sn and Ni-0.3 at%Sn irradiated at KUR and JMTR relative to unirradiated pure Ni.

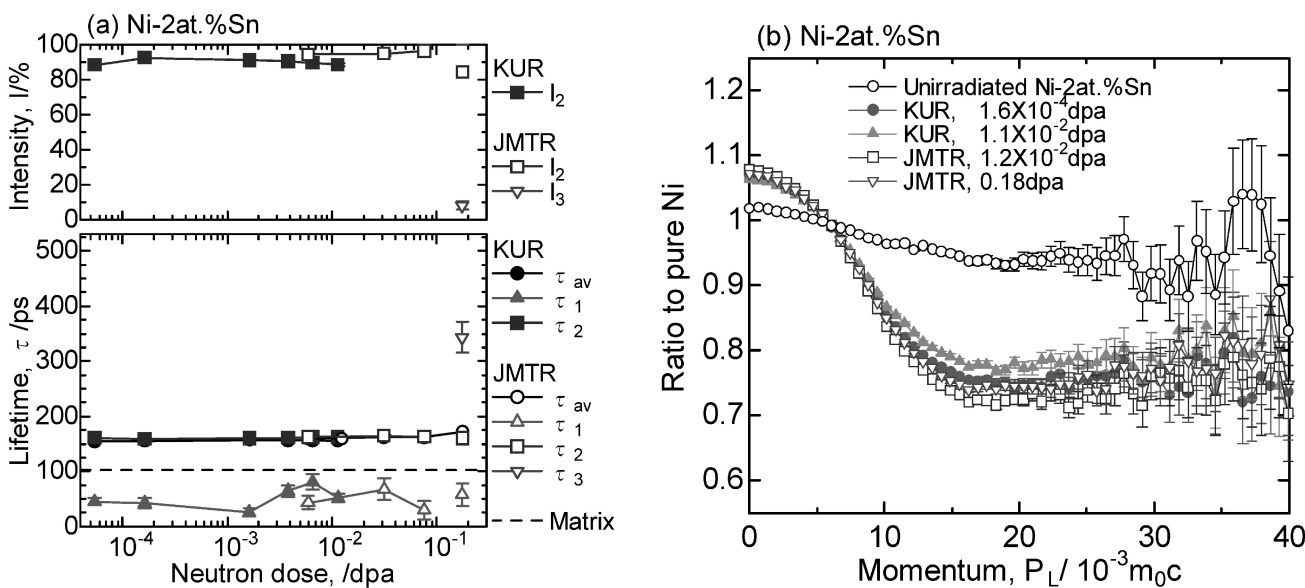


Fig. 4 (a) Positron annihilation lifetimes plotted against the irradiation dose in Ni-2 at%Sn. τ_{av} , τ_1 , τ_2 and τ_3 denote mean lifetime, the first, second, and third components of lifetimes, respectively. I_2 and I_3 denote the intensities of τ_2 and τ_3 , respectively. Solid marks and open marks are the specimens irradiated at KUR and JMTR, respectively. Dotted line denotes the positron lifetime of unirradiated Ni. (b) Ratio curves of the CDB spectra for unirradiated Ni-2 at%Sn and Ni-2 at%Sn irradiated at KUR and JMTR relative to unirradiated pure Ni.

3.2 陽電子消滅同時計数ドップラー広がり測定

Fig. 5 に未照射の Ni に対する未照射の Sn, KUR で 2.7×10^{-3} dpa 中性子照射された Ni と JMTR で 0.18 dpa 中性子照射された Ni-2 at%Sn の CDB 比率曲線を示す。比率曲線とは得られた Pure Sn などの CDB スペクトルの Pure Ni のスペクトルに対する比率を取ったものである。通常 12×10^{-3} mc 程度以上の運動量が陽電子と原子の内殻電子の消滅を示し、例えば、Fe-Cu 合金中に Cu 析出物が形成した場合、Pure Fe に対する比率曲線は運動量 $20 \sim 30 \times 10^{-3}$ mc で Cu

特有のピークが現れる¹⁷⁻²²⁾。また、低運動量成分 ($0 \sim 5 \times 10^{-3}$ mc 程度)のカウント数の全カウント数に対する割合は S パラメータ、高運動量成分 (12×10^{-3} mc 程度以上のある特定の範囲)のカウント数の全カウント数に対する割合は W パラメータといわれる。本研究では S パラメータを $0 \sim 5 \times 10^{-3}$ mc の範囲とした。照射された Ni-2 at%Sn の高運動量部分 ($20 \sim 60 \times 10^{-3}$ mc)に注目すると、Pure Sn のスペクトルよりも Pure Ni のスペクトル(比率 1.0 の水平線)に平行である。陽電子が内殻電子と消滅する場合、ほとんどの消滅相手は Ni の内殻電子であるといえる。寿命測定から分かるよ

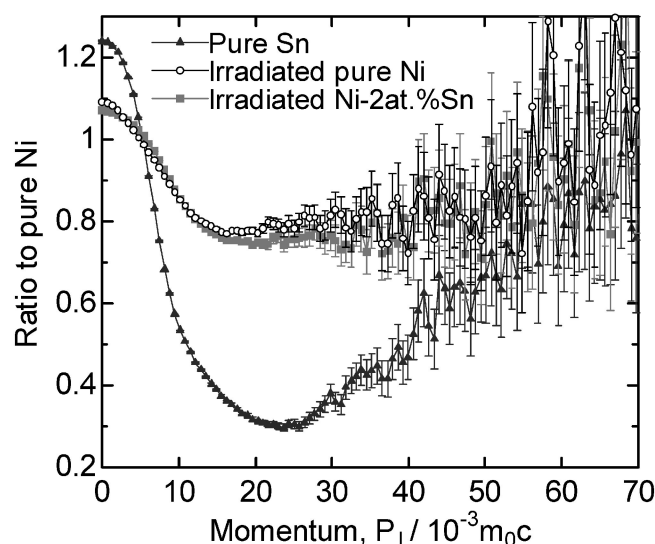


Fig. 5 Ratio curves of the CDB spectra for unirradiated pure Sn, neutron-irradiated pure Ni (2.7×10^{-3} dpa) and neutron-irradiated Ni-2 at.%Sn (0.18 dpa) relative to unirradiated pure Ni.

うに、Ni-2 at.%Sn では未照射の段階から Ni_3Sn 析出物が形成していると考えられるが、その析出物を陽電子では捉えられなかった。

Fig. 1~4(b)にそれぞれ Pure Ni, Ni-0.05 at.%Sn, Ni-0.3 at.%Sn, Ni-2 at.%Sn の照射量に対する CDB 比率曲線の変化を示す。Fig. 6 にそれらの金属の照射量に対する S パラメータの変化を示す。Ni-2 at.%Sn 以外の合金では照射量の増加とともに S パラメータは増加した。陽電子寿命測定で得られた平均寿命とはほぼ同様の变化であった。同じ照射量で比較すると Ni-0.05 at.%Sn の方が Pure Ni よりも S パラメータが高くなっていることが分かる。寿命測定から Pure Ni に比べて Ni-0.05 at.%Sn では寿命強度 I_2 が高くなっているため、空孔型欠陥濃度は Ni-0.05 at.%Sn の方が高くなり、S パラメータが上昇したと考えられる。

Ni-0.3 at.%Sn と Ni-2 at.%Sn の比率曲線を Pure Ni と比較すると、Pure Ni の照射材は運動量 $5 \times 10^{-3} mc$ 付近で Pure Ni との比率 1.0 の水平線と交わるのに対して、Ni-0.3 at.%Sn と Ni-2 at.%Sn ではその交点が運動量 $5 \times 10^{-3} mc$ より高く、濃度が増すに従って Pure Ni との比率 1.0 の水平線との交点の運動量も高くなっていることが分かる。添加元素濃度が増すに従って、照射欠陥と結びつく Sn 原子量も増すことが予想される。Ni よりも Sn の原子番号はかなり大きく、空孔型欠陥内部に Sn の外殻電子がかなり浸み出すことで原子空孔内部の電子状態を大きく変えていることも予想される。また、Ni と Sn の陽電子親和力はそれぞれ $-4.46 eV$ と $-7.60 eV$ であり²⁷⁾、空孔型欠陥にトラップされた陽電子は空孔型欠陥に隣接する Sn 原子に引き付けられる。この時、Sn 原子に引き付けられた陽電子はその内殻電子よりも空孔型欠陥に浸み出してきた Sn の外殻電子と消滅することで、Ni-0.3 at.%Sn と Ni-2 at.%Sn の比率曲線に運動量 $5 \times 10^{-3} mc$ 付近で特徴的なスペクトルが得られたのではないかと考えられる。この件に関しては、計算機シミュレーションによ

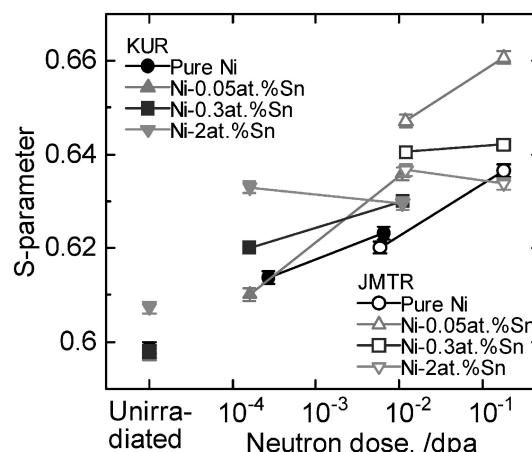


Fig. 6 S-parameter plotted against the irradiation dose in pure Ni, Ni-0.05 at.%Sn, Ni-0.3 at.%Sn and Ni-2 at.%Sn.

り検証する必要がある。

Sn は Ni 中で照射欠陥を高濃度に残存させる作用があることが分かった。合金濃度が増すことで格子間原子集合体の長距離移動も妨げられ、原子空孔と対消滅し、Sn 合金ではボイドの形成が抑えられたと考えられる。格子間原子集合体の動きが妨げられる機構は今後検討する必要がある。

4. お わ り に

Pure Ni と Ni-Sn 合金を約 573 K で中性子照射し、PAL 測定と CDB 測定を行い、空孔型欠陥の大きさと量、空孔型欠陥と Sn 原子の相互作用について調べた。Pure Ni と Ni-0.05 at.%Sn ではボイドの成長が見られたが、Ni-0.3 at.%Sn と Ni-2 at.%Sn ではボイドの形成は抑制された。Sn 原子が存在することで、空孔型欠陥の濃度が増すことが分かった。CDB 測定によっても、Sn 原子によって増加した空孔濃度を捉える事ができた。Sn 濃度が増すにしたがって、運動量 $5 \times 10^{-3} mc$ 付近で特徴的なスペクトルが得られた。ボイドの形成を抑制するためには、単空孔、複空孔、積層欠陥四面体などの空孔型欠陥が高濃度に形成することと格子間原子集合体の長距離移動が妨げられる必要があると考えられる。Ni-0.05 at.%Sn においてボイドの形成が見られたのは空孔型欠陥の濃度の上昇が格子間原子集合体の長距離移動の抑制が不十分であったと考えられる。

文 献

- 1) R. Bullough, B. L. Eyre and K. Krishan: Proc. R. Soc. London **A346** (1975) 81.
- 2) P. R. Heald: Philos. Mag. **35** (1975) 551.
- 3) A. D. Brailsford and R. Bullough: Philos. Trans. R. Soc. London **302** (1981) 87.
- 4) L. K. Mansur and W. A. Coghlan: J. Nucl. Mater. **119** (1983) 1.
- 5) W. G. Wolfer: J. Phys. F **12** (1982) 425.
- 6) W. G. Wolfer: J. Nucl. Mater. **122&123** (1984) 367.
- 7) C. H. Woo and B. N. Singh: Phys. Status Solidi B **159** (1990) 609.
- 8) C. H. Woo and B. N. Singh: Philos. Mag. **A65** (1992) 889.
- 9) R. A. Holt, C. H. Woo and C. K. Chow: J. Nucl. Mater. **205** (1993) 293.
- 10) B. N. Singh, H. Trinkaus and C. H. Woo: J. Nucl. Mater. **212**-

- 215(1994) 168.
- 11) S. I. Golubov, B. N. Singh and H. Trinkaus: J. Nucl. Mater. **276** (2000) 78.
- 12) S. Kojima, T. Yoshiie and M. Kiritani: J. Nucl. Mater. **155-157** (1988) 1249.
- 13) T. Yoshiie, Q. Xu, Y. Satoh, H. Ohkubo and M. Kiritani: J. Nucl. Mater. **283-287** (2000) 229.
- 14) Q. Xu and T. Yoshiie: J. Nucl. Mater. **307-311** (2002) 380.
- 15) T. Yoshiie, T. Ishizaki, Q. Xu, Y. Satoh and M. Kiritani: J. Nucl. Mater. **307-311** (2002) 924.
- 16) H. W. King: J. Mater. Sci. **1** (1966) 79.
- 17) Y. Nagai, M. Hasegawa, Z. Tang, A. Hempel, K. Yubuta, T. Shimamura, Y. Kawazoe, A. Kawai and F. Kano: Phys. Rev. **B61** (2000) 6574.
- 18) T. Onitsuka, M. Takenaka E. Kuramoto, Y. Nagai and M. Hasegawa: Phys. Rev. **B65** (2002) 012204.
- 19) Y. Nagai, K. Takadate, Z. Tang, H. Ohkubo, H. Sunaga, H. Takizawa and M. Hasegawa: Phys. Rev. **B67** (2003) 224202.
- 20) T. Ishizaki, T. Yoshiie, K. Sato, S. Yanagita, Q. Xu, M. Komatsu and M. Kiritani: Mater. Sci. Eng. **A350** (2003) 102.
- 21) Q. Xu, T. Yoshiie and K. Sato: Phys. Rev. **B73** (2006) 134115.
- 22) Q. Xu, T. Yoshiie and K. Sato: Philos. Mag. Lett. **87** (2007) 65.
- 23) T. Yoshiie, Y. Hayashi, S. Yanagita, Q. Xu, Y. Satoh, H. Tsujimoto, T. Kozuka, K. Kamae, K. Mishima, S. Shiroya, K. Kobayashi, M. Utsuro and Y. Fujita: Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. **A498** (2003) 522.
- 24) J. V. Olsen, P. Kirkegaard, N. J. Pedersen and J. Eldrup: Phys. Status Solidi **C4** (2007) 4004.
- 25) K. Hamada, S. Kojima, Y. Ogasawara, T. Yoshiie and M. Kiritani: J. Nucl. Mater. **212-215** (1994) 270.
- 26) H. Ohkubo, Z. Tang, Y. Nagai, M. Hasegawa, T. Tawara and M. Kiritani: Mater. Sci. Eng. **A350** (2003) 95.
- 27) M. J. Puska, P. Lanki and R. M. Nieminen: J. Phys. Condens. Matter **1** (1989) 6081.